

JC20 Rec'd PCT/PTO 09 JUN 2005

Verfahren zur Herstellung eines Pigmentgranulats sowie Pigmentgranulat
und dessen Verwendung

Technisches Gebiet

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pigmentgranulaten
5 sowie Pigmentgranulate und deren Verwendung nach den Oberbegriffen der Ansprüche
1, 7 oder 17.

Pigmente im Sinne dieser Erfindung sind Feststoffteilchen, die im wässrigen Anwen-
dungsmedium praktisch unlöslich sind. Es gibt unterschiedliche Pigmente, die in wäss-
10 rigen Systemen zur Anwendung kommen, wie zum Beispiel Titandioxid, Eisenoxid, Ze-
ment, Gips, etc. (Inhaltsstoffe). Es muss sich also bei diesen „Pigmenten“ nicht notwen-
dig um Farbstoffe handeln.

Derartige Pigmente neigen zur Staubbildung; die Dosierung gestaltet sich aufgrund der
15 schlechten Fließ- oder Rieseleigenschaften und der Neigung zur Brückenbildung in der
Dosieranlage äußerst schwierig.

Stand der Technik

Eisenoxidgranulate, die mit Hilfe von wasserlöslichen Bindemitteln hergestellt sind, sind
5 bereits Stand der Technik. Das Bindemittel löst sich im wässrigen Medium auf und gibt das Eisenoxid frei, so dass es in dem wässrigen Medium dispergiert. Die Herstellung solcher Granulate ist kostenintensiv und erfolgt im feuchten Medium. Sie lassen sich gut dosieren und neigen auch nicht zur Staubbildung.

10 Problemstellung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Pigmentgranulat wirtschaftlich so herzustellen, dass es besonders wirksam ist, d. h. dass das Pigmentgranulat nach dem Einbringen in die Flüssigkeit rasch redispergiert und die Teilchen der Inhaltsstoffe zügig
15 freigesetzt werden.

Diese Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen 1, 7 und 17 wiedergegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

20

Die Ansprüche 1 und 7 stellen alternative Ausführungen der Erfindung dar: Anspruch 1 ist auf eine trockene oder im Wesentlichen trockene Arbeitsweise bei der Herstellung des Pigmentgranulats gerichtet, bei Anspruch 17 werden die Teilchen in eine Flüssigkeit eingemischt und bilden mit dieser eine Suspension, die sprüh- oder wirbelschicht-
25 getrocknet werden kann.

An Pigmentgranulate werden zwei sich widersprechende Anforderungen gestellt: mechanische Stabilität und eine schnelle, vollständige Redispergierung der Teilchen der Inhaltsstoffe.

30

Durch die Verwendung von cellulosehaltigem Material als Dispergiermittel können beide Anforderungen erfüllt werden. Cellulosehaltiges Material erweist sich dabei als ein sehr gutes Trockenbindemittel und sorgt für die entsprechende Stabilität. Bei der Herstellung der Granulate entfällt dadurch ein energieintensiver Trocknungsschritt. Gleichwohl können 5 sowohl die Teilchen der Inhaltsstoffe als auch die Teilchen des Dispergiermittels als auch die der Granulierung zugeführte Materialmischung eine gewisse Eigenfeuchte von bis zu 25 bis 30 Gewichtsprozent bezogen auf die Trockenmasse aufweisen.

Als alternatives Granulierverfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in 10 Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmten Pigmentgranulates, bei dem die in Teilchenform vorliegenden Inhaltsstoffe und Dispergiermittelteilchen, letztere in Gestalt mindestens eines cellulosehaltigen Materials, zunächst im Wesentlichen homogen gemischt werden und dann als Suspension vorliegen, 15 wird das Sprüh- oder Wirbelschichtverfahren vorgeschlagen, bei dem Suspensions-tropfen einstellbarer Größe ein beheiztes gasförmiges Medium durchwandern und die im Suspensionstropfen enthaltene Mischung aus Inhaltsstoffen und cellulosehaltigem Material zu einem Granulatkorn aggregieren. Es hat sich herausgestellt, dass das cellulosehaltige Material hierbei außerordentlich energiesparend wirkt, wobei die Porosität 20 des cellulosehaltigen Materials hierzu den entscheidenden Beitrag leistet. Das Redis-pergieren so hergestellter Granulate ist außerordentlich erfolgreich; dies ebenfalls bei guter Förder-, Dosier- und Lagerfähigkeit sowie Staubarmut des Pigmentgranulates.

Wenn das gut fließfähige und staubarme Granulat in Kontakt mit einer wässrigen Flüssigkeit kommt, wird durch das Quellverhalten des cellulosehaltigen Materials das Granulat zerstört, und werden die Teilchen der Inhaltsstoffe im Anwendungsmedium homogen verteilt. 25

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenen Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe unter der Wirkung mindestens eines Dispergiermittels bestimmten Pigmentgranulates,
5 **dadurch gekennzeichnet,**
dass die Inhaltsstoffe und das Dispergiermittel in Teilchenform vorliegen, dass das Dispergiermittel in Gestalt mindestens eines cellulosehaltigen Materials vorliegt, und dass die Teilchen der Inhaltsstoffe und des Dispergiermittels trocken
10 oder feucht im Wesentlichen homogen gemischt und nachfolgend trocken oder feucht zu Pigmentgranulat geformt werden.
2. Verfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenen Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe unter der Wirkung mindestens eines Dispergiermittels bestimmten Pigmentgranulates, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Inhaltsstoffe und das Dispergiermittel in Teilchenform
15 in einer Flüssigkeit im Wesentlichen homogen gemischt als Suspension vorliegen und die Suspension einem Sprüh- oder Wirbelschichttrocknungsverfahren unterzogen wird, wobei die in dem Suspensionstropfen enthaltene Mischung aus Inhaltsstoffen und Dispergiermittel zu einem Granulat aggregieren.
20
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Inhaltsstoffe vor dem Mischen zumindest teilweise vorgranuliert werden.
25
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Teilchen des Dispergiermittels vor dem Mischen zumindest teilweise vorgranuliert werden.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 3 oder 4, dadurch **gekennzeichnet**, dass das Pigmentgranulat durch Kompaktieren (mechanisches Verdichten) oder durch Aufbaugranulierung oder durch Kombinationen aus diesen Verfahren erzeugt wird.
10. 6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentgranulat durch eine Kombination der Verfahren nach Anspruch 2 und 5 erzeugt wird.
15. 7. Zur alsbaldigen Auflösung in Flüssigkeit unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmtes Pigmentgranulat, welches in Teilchenform vorliegende Inhaltsstoffe, darunter mindestens ein Pigment, und mindestens ein Dispergiermittel umfasst, dadurch **gekennzeichnet**, dass das Pigmentgranulat aus einer im wesentlichen homogenen Mischung der Inhaltsstoffe und des Dispergiermittels besteht und das Dispergiermittel mindestens ein teilchenförmiges cellulosehaltiges Material umfasst.
20. 8. Pigmentgranulat nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Inhaltsstoffe vor dem Mischen eine Partikelgröße von 0,5 bis 10 000 µm, vorzugsweise eine Partikelgröße von 1 bis 2000 µm oder 10 bis 500 µm, aufweisen.
9. 9. Pigmentgranulat nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material des Dispergiermittels vor dem Mischen eine Partikelgröße von 20 bis 2200 µm, vorzugsweise 25 bis 500 µm, aufweisen.
25. 10. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass, wenn das cellulosehaltige Material des Dispergiermittels vor dem Mischen vorgranuliert ist, das vorgranulierte cellulosehaltige Material eine Partikelgröße von 0,1 bis 6,0 mm, vorzugsweise 0,2 bis 1,0 mm, aufweist.

11. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Pigmentgranulat das cellulosehaltige Material in einem Gewichtsanteil von 0,5 bis 80 %, vorzugsweise von 1 bis 15 %; enthält.

5 12. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit verarbeitungsfördern-
den Hilfsmitteln wie Malto-Dextrin, CMC (Carboxy Methyl Cellulose), Gummi Arabicum, Dextrose, AgarAgar, Polyvinylalkohol (PVA), Kieselsäure oder Trikal-
ziumphosphat aufweist.

10

13. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material aus Holz gewonnen ist.

14. Pigmentgranulat nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellu-
15 losehaltige Material TMP (Thermo Mechanical Pulp) umfasst.

15. Pigmentgranulat nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellu-
losehaltige Material CTMP (Chemo Thermo Mechanical Pulp) umfasst.

20 16. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material Cellulose umfasst.

25 17. Verwendung von Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass es im Wasser oder mindestens einer anderen dissoziie-
renden Flüssigkeit oder solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Frei-
gabe seiner Inhaltsstoffe redispergiert wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/13996

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 C09C3/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHEDMinimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 7 C09C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-----------------------|
| P, X | DE 102 11 427 A (RETTENMAIER & SOEHNE GMBH & CO) 2 October 2003 (2003-10-02) paragraphs '0005! - '0031!; claims 1-12 ----- | 1-17 |
| X | GB 2 009 204 A (CIBA GEIGY AG) 13 June 1979 (1979-06-13) page 1, line 23 - page 3, line 5; claims 1-11; examples 12,18 ----- | 1,7 |
| A | DE 198 55 203 A (BAUER KURT HEINZ) 31 May 2000 (2000-05-31) page 2, line 1 - line 65 page 4, line 35 - line 45 ----- | 1-17 |
| A | DE 29 40 156 A (CIBA GEIGY AG) 17 April 1980 (1980-04-17) claims 1-8; examples 5,6,11,15 ----- | 1,7 |
| | | -/- |

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

29 April 2004

10/05/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Siebel, E

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/13996

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|---|-----------------------|
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | WO 98/40462 A (HERZOG STEFAN ; RETTENMAIER JOSEF OTTO (DE)) 17 September 1998 (1998-09-17) the whole document ----- | 1-17 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/13996

| Patent document cited in search report | | Publication date | | Patent family member(s) | | Publication date |
|--|---|------------------|--|---|--|--|
| DE 10211427 | A | 02-10-2003 | DE US | 10211427 A1 2003175400 A1 | | 02-10-2003 18-09-2003 |
| GB 2009204 | A | 13-06-1979 | CA CH DE DK FR IT JP JP JP NL US | 1122784 A1 635862 A5 2844710 A1 457278 A ,B, 2405983 A1 1159934 B 1430547 C 54065731 A 62039181 B 7810333 A 4264552 A | | 04-05-1982 29-04-1983 26-04-1979 16-04-1979 11-05-1979 04-03-1987 24-03-1988 26-05-1979 21-08-1987 18-04-1979 28-04-1981 |
| DE 19855203 | A | 31-05-2000 | DE AT DE DK EP | 19855203 A1 252132 T 59907365 D1 1006148 T3 1006148 A1 | | 31-05-2000 15-11-2003 20-11-2003 23-02-2004 07-06-2000 |
| DE 2940156 | A | 17-04-1980 | CA CH DE DK GB IT JP NL US | 1154635 A1 643875 A5 2940156 A1 419979 A ,B, 2036057 A ,B 1125449 B 55054355 A 7907417 A 4277288 A | | 04-10-1983 29-06-1984 17-04-1980 07-04-1980 25-06-1980 14-05-1986 21-04-1980 09-04-1980 07-07-1981 |
| WO 9840462 | A | 17-09-1998 | DE AT WO DE DK EP ES PT | 19709991 A1 205875 T 9840462 A1 59801528 D1 970181 T3 0970181 A1 2165155 T3 970181 T | | 17-09-1998 15-10-2001 17-09-1998 25-10-2001 28-01-2002 12-01-2000 01-03-2002 28-12-2001 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/13996

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C09C3/04

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C09C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
EP0-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| P, X | DE 102 11 427 A (RETTEINMAIER & SOEHNE GMBH & CO) 2. Oktober 2003 (2003-10-02) Absätze '0005! - '0031!; Ansprüche 1-12 | 1-17 |
| X | GB 2 009 204 A (CIBA GEIGY AG) 13. Juni 1979 (1979-06-13) Seite 1, Zeile 23 - Seite 3, Zeile 5; Ansprüche 1-11; Beispiele 12,18 | 1,7 |
| A | DE 198 55 203 A (BAUER KURT HEINZ) 31. Mai 2000 (2000-05-31) Seite 2, Zeile 1 - Zeile 65 Seite 4, Zeile 35 - Zeile 45 | 1-17 |
| A | DE 29 40 156 A (CIBA GEIGY AG) 17. April 1980 (1980-04-17) Ansprüche 1-8; Beispiele 5,6,11,15 | 1,7 |
| | | -/- |

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen:

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchebericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Rechercheberichts

29. April 2004

10/05/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentläng 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Siebel, E

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/13996

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| A | WO 98/40462 A (HERZOG STEFAN ; RETTENMAIER JOSEF OTTO (DE)) 17. September 1998 (1998-09-17) das ganze Dokument ----- | 1-17 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 03/13996

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | | Datum der Veröffentlichung | | Mitglied(er) der Patentfamilie | | Datum der Veröffentlichung |
|---|---|----------------------------|--|---|--|--|
| DE 10211427 | A | 02-10-2003 | DE US | 10211427 A1 2003175400 A1 | | 02-10-2003 18-09-2003 |
| GB 2009204 | A | 13-06-1979 | CA CH DE DK FR IT JP JP JP NL US | 1122784 A1 635862 A5 2844710 A1 457278 A ,B, 2405983 A1 1159934 B 1430547 C 54065731 A 62039181 B 7810333 A 4264552 A | | 04-05-1982 29-04-1983 26-04-1979 16-04-1979 11-05-1979 04-03-1987 24-03-1988 26-05-1979 21-08-1987 18-04-1979 28-04-1981 |
| DE 19855203 | A | 31-05-2000 | DE AT DE DK EP | 19855203 A1 252132 T 59907365 D1 1006148 T3 1006148 A1 | | 31-05-2000 15-11-2003 20-11-2003 23-02-2004 07-06-2000 |
| DE 2940156 | A | 17-04-1980 | CA CH DE DK GB IT JP NL US | 1154635 A1 643875 A5 2940156 A1 419979 A ,B, 2036057 A ,B 1125449 B 55054355 A 7907417 A 4277288 A | | 04-10-1983 29-06-1984 17-04-1980 07-04-1980 25-06-1980 14-05-1986 21-04-1980 09-04-1980 07-07-1981 |
| WO 9840462 | A | 17-09-1998 | DE AT WO DE DK EP ES PT | 19709991 A1 205875 T 9840462 A1 59801528 D1 970181 T3 0970181 A1 2165155 T3 970181 T | | 17-09-1998 15-10-2001 17-09-1998 25-10-2001 28-01-2002 12-01-2000 01-03-2002 28-12-2001 |